

FOAM AND MANUFACTURING METHOD THEREFOR

Publication number: JP2003170432 (A)

Publication date: 2003-06-17

Inventor(s): SUGAWARA MINORU; KANAI TOSHITAKA; KAWAHIGASHI HIROYUKI; AIDA HIROSHI

Applicant(s): IDEMITSU PETROCHEMICAL CO

Classification:

- international: **C08J9/06; B29C33/02; B29C45/73; B29C45/78; B29K105/04; C08J9/00; B29C33/02; B29C45/73; B29C45/78; (IPC1-7): B29C33/02; B29C45/73; B29C45/78; C08J9/06; B29K105/04; C08L101/00**

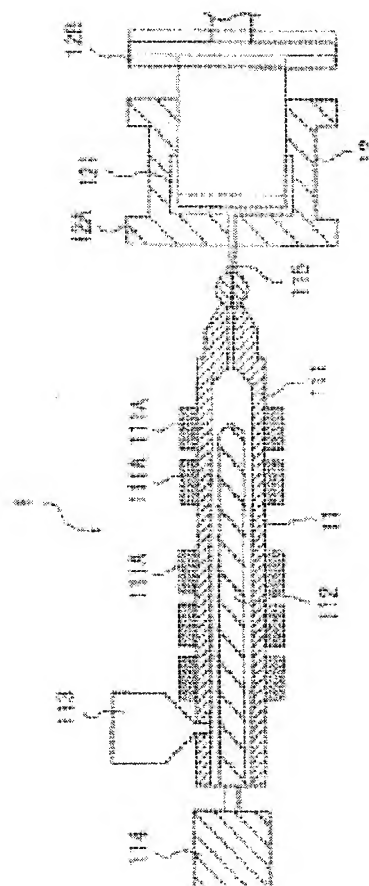
- European:

Application number: JP20010375059 20011207

Priority number(s): JP20010375059 20011207

Abstract of JP 2003170432 (A)

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a foam manufacturing method capable of manufacturing foam having good appearance without lowering the strength thereof, and to provide the foam manufactured thereby. ; **SOLUTION:** The surface temperature of the mold 12 of an injection molding machine 1, that is, the surface temperature of both of a fixed mold, which comes into contact with a thermoplastic resin and forming a gap 121 with respect to a movable mold, and the movable mold is preliminarily held to the range of the crystallization temperature $\pm 20[\text{deg.}]^{\circ}\text{C}$ or glass transition point $\pm 20[\text{deg.}]^{\circ}\text{C}$ of the thermoplastic resin to be introduced into the mold 12. A foaming agent and the thermoplastic resin are charged in a cylinder 111 and kneaded by a screw 112. This kneaded mixture is introduced into the mold 12 to form a skin layer on the surface of the resin coming into contact with the mold 12 and the movable mold of the mold 12 is allowed to retreat during a period holding the interior of the resin to a molten state. ; **COPYRIGHT:** (C) 2003,JPO



Data supplied from the **esp@cenet** database — Worldwide

(19) 日本特許庁 (J P) (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2003-170432
(P2003-170432A)
(43) 公開日 平成15年6月17日 (2003.6.17)

(51) IntCl ⁷	識別記号	F I	チーゴード (参考)
B 29 C 33/02		B 29 C 33/02	4 F 0 7 4
45/73		45/73	4 F 2 0 2
45/78		45/78	4 F 2 0 6
C 08 J 9/06	C E R	C 08 J 9/06	C E R
	C E Z		C E Z

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 13 頁) 最終頁に就く

(21) 出願番号	特願2001-375059 (P2001-375059)	(71) 出願人	000183657 出光石油化学株式会社 東京都墨田区横綱一丁目6番1号
(22) 日付	平成13年12月7日 (2001.12.7)	(72) 発明者	竹原 稔 千葉県市原市姉崎海岸1番地1
		(73) 発明者	金井 俊孝 千葉県市原市姉崎海岸1番地1
		(74) 代理人	川東 宏至 千葉県市原市姉崎海岸1番地1 100079083 弁理士 木下 寅三 (外2名)

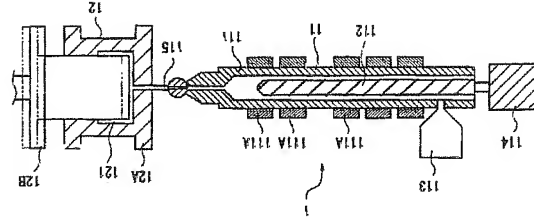
最終頁に就く

(54) [発明の名称] 発泡体の製造方法及び発泡体

(57) 【要約】

【課題】強度が低下せず、外觀が良好な発泡体を製造できる発泡体の製造方法およびこの製造方法によって製造された発泡体を提供すること。

【解決手段】予め射出成形機1の金型12の表面温度、すなわち、腔間121を形成し、樹脂と接する固定金型と可動金型の表面温度を導入する熱可塑性樹脂の結晶化温度±20℃又はガラス転移点±20℃の範囲に保っておく。発泡剤と熱可塑性樹脂とをシリンドラ111内に投入し、スクリュウ112により混練する。これを金型12に導入し、金型12に接する樹脂の表面にスキン層が形成され、その内部が溶融状態である間に、金型12の可動金型を後退 (コアバック) させる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 熱可塑性樹脂100重量部に発泡剤を0.1から20重量部混合する工程と、

前記熱可塑性樹脂が接する金型の表面温度を前記熱可塑性樹脂の結晶化温度±20℃またはガラス転移点±20℃に保持した金型に前記発泡剤を含有した熱可塑性樹脂を導入する工程とを備えることを特徴とする発泡体の製造方法。

【請求項2】 請求項1記載の発泡体の製造方法において、

前記金型内に導入された熱可塑性樹脂の少なくとも一部が溶融状態にある間に、前記金型の圧力を低下する工程を備えることを特徴とする発泡体の製造方法。

【請求項3】 請求項2記載の発泡体の製造方法において、

前記金型内の圧力の低下は、前記熱可塑性樹脂の金型に接する表面にスキン層が形成され、その内部が溶融状態にある間に、前記金型の一部あるいは全部を後退させることにより行われることを特徴とする発泡体の製造方法。

【請求項4】 熱可塑性樹脂100重量部に超臨界状ガスを0.1から20重量部浸透させる工程と、

前記熱可塑性樹脂が接する金型の表面温度を前記熱可塑性樹脂の結晶化温度±20℃またはガラス転移点±20℃に保持した金型に前記超臨界状ガスを浸透させた熱可塑性樹脂を導入する工程とを備えることを特徴とする発泡体の製造方法。

【請求項5】 請求項4記載の発泡体の製造方法において、

前記金型内に導入された熱可塑性樹脂の少なくとも一部が溶融状態にある間に、金型内の圧力を低下する工程を備えることを特徴とする発泡体の製造方法。

【請求項6】 請求項5記載の発泡体の製造方法において、

前記金型内の圧力の低下は、前記熱可塑性樹脂の金型に接する表面にスキン層が形成され、その内部が溶融状態にある間に、前記金型の一部あるいは全部を後退させることにより行われることを特徴とする発泡体の製造方法。

【請求項7】 請求項4から6の何れかに記載の発泡体の製造方法において、

少なくとも前記熱可塑性樹脂を前記金型に導入する工程が終了するまでは、前記超臨界状ガスを超臨界状態に維持することを特徴とする発泡体の製造方法。

【請求項8】 請求項1から7の何れかに記載の発泡体の製造方法において、前記金型は断熱金型であることを特徴とする発泡体の製造方法。

【請求項9】 請求項1から8の何れかに記載の発泡体の製造方法によって、製造される発泡体であって、

その表面の光沢度が80%以上であること、または、前

記超臨界状ガスを浸透させた熱可塑性樹脂を脱圧することにより得られることを特徴とする発泡体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、発泡剤または超臨界状ガスを用いた熱可塑性樹脂の発泡体の製造方法及び発泡体に関する。

【0002】

【背景技術】 従来、電子機器、雑音、及び自動車用の部品等は強度や耐衝撃性などの物性の維持、改善に加え、軽量化が求められている。このため、各部品等を構成する熱可塑性樹脂に発泡剤を混合し、加熱等する発泡方式や、熱可塑性樹脂に超臨界状のガスを浸透させた後に、この超臨界ガスを脱ガスするマイクロセルラー方式等の各手段によって樹脂内にセルと呼ばれる空隙を形成し、軽量化する発泡体の開発が行われている。樹脂の種類によって多少異なるが、どちらの方法においても金型の温度は、作業効率等を考慮し、一般にエンジニヤリングプラスチック (例えば、ポリカーボネートなど) で40℃～100℃、スーパーエンブラ (例えば、ポリイミド樹脂等) で50℃～150℃程度に保たれていた。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 前者の方法の場合には、発泡によって表面にシルバーストリークと称する銀白色の筋状のものが生じて、外觀がよくないという問題がある。その上、発泡によって生じるセルが大きすぎて、得られた成形品の強度が低下するという問題もある。一方、後者の方法の場合には、成形品内部に形成されるセルが比較的小さくなるため、得られた成形品の強度は十分確保できるものの、シルバーストリークの発生による外觀不良が発生しやすいという問題がある。

【0004】 本発明の目的は、強度が低下せず、外觀が良好な発泡体を製造できる発泡体の製造方法およびこの製造方法によって製造された発泡体を提供することである。

【0005】

【課題を解決するための手段】 そのため、本発明は以下の構成を採用して前記目的を達成しようとするものである。本発明の発泡体の製造方法は、熱可塑性樹脂100重量部に発泡剤を0.1から20重量部混合する工程と、前記熱可塑性樹脂が接する金型の表面温度を前記熱可塑性樹脂の結晶化温度±20℃またはガラス転移点±20℃に保持した金型に前記発泡剤を含有した熱可塑性樹脂を導入する工程とを備えることを特徴とする。熱可塑性樹脂を金型に導入する工程において、樹脂が結晶性樹脂である場合には、金型の表面温度を結晶化温度±20℃に保持し、非結晶性樹脂である場合には、金型の表面温度をガラス転移点±20℃に保持する。

【0006】 ここで、発泡剤としては、熱分解により二酸化炭素または窒素等が発生する熱分解型発泡剤が考え

られる。例えば、アブジカルボンアミド、N、N-ジニトロソペンタテトラミン、アブビスイソブチロニトリル、クエン酸、重曹、ブタン、ペンタン、ジクロロジフロメタン等があげられる。

【0007】また、熱可塑性樹脂としては、通常の発泡成形ができるものであればよく、例えば、スチレン樹脂（ポリスチレン、ブタジエン・スチレン共重合体、アクリロニトリル・スチレン共重合体、アクリロニトリル・ブタジエン、スチレン共重合体等）、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン-プロピレン樹脂、エチレン-エチルアクリレート樹脂、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ポリブテン、ポリカーボネート、ポリアセタール、ポリフェニレンオキシド、ポリビニルアルコール、ポリメタクリレート、飽和ポリエステル樹脂（ポリエチレンテフタレート、ポリブチレンテフタレート等）、生分解性ポリエステル樹脂（ポリ乳酸等のヒドロキシカルボン酸重合体、ポリブチレンサクシネートのようなジオールとジカルボン酸の縮合物など）、ポリアミド樹脂、ポリイミド樹脂、フッ素樹脂、ポリサルフォード、ポリエーテルサルフォン、ポリアリレート、ポリエーテルエーテルケトン、液晶性ポリマー等の一または二種以上の混合物があげられる。さらに、必要に応じて熱可塑性樹脂に熱可塑性エラストマーや無機充填剤を配合してもよい。

【0008】また、それぞれの熱可塑性樹脂の標準的な高重合条件、測定条件で測定するメルトフローインデックス（MI）が、0.1から200g/10分、好ましくは1から100g/10分程度の範囲内にあることが好ましい。MIが上記範囲を外れると好適な成形加工性を保ちつつ、微細な発泡セルを形成することが困難となる場合がある。なお、標準的な荷重条件としては、ASTMで規定された条件を目安とする。例えば、ポリプロピレンの場合、230℃、2.16kg/cm²、ポリスチレンの場合、200℃、5.0kg/cm²である。

標準的な測定条件としてASTM D1238に定められた測定条件があり、これに従って測定を行う。

【0009】熱可塑性樹脂と発泡剤を混合する工程では、通常、発泡剤又は発泡剤含有マスタースバッチと熱可塑性樹脂を機械的に混合する。ブタン、ペンタン、ジクロロフロメタン等の低沸点有機物を発泡剤として使用する場合は、混練機内の熱可塑性樹脂の溶融している部分にランジャ-ポンプ等で供給してもよい。また、金型の表面温度を結晶化温度±20℃または、ガラス転移点±20℃に保持するためには、通常の金型にヒータと冷却ユニットとを設け、頻繁にそれぞれのオン・オフを繰り返すことにより調整してもよいが、断熱金型を用いて温度を維持してもよい。

【0010】本発明において、発泡剤が熱可塑性樹脂に対し0.1重量部よりも少ないと、微細な発泡セルを得ることができず、20重量部よりも多いと発泡体表面に

水膨れが生じ、外観不良となってしまう。従って、本発明では、発泡剤の量を前記範囲内としたため、このような問題が起こらない。

【0011】また、金型の表面温度を結晶化温度またはガラス転移点+20℃よりも高くすると樹脂の表面が溶融して十分な外観を確保できず、シルバーストリートクも発生しやすい。また、金型の表面温度を結晶化温度またはガラス転移点-20℃未満とすると、表面転写が悪くなる。本発明の製造方法では、金型の表面温度を結晶化温度±20℃または、ガラス転移点±20℃の範囲に保つことにより、樹脂が金型に転写した後、早くスキン層が形成されるため、発泡剤の発泡ガスが発泡体と金型の表面との間に滞留することがなく、高転写、高光沢でシルバーストリートク等の外観不良のない発泡体を得ることができる。

【0012】また、金型の表面温度を前記範囲内に保つと、熱可塑性樹脂の温度低下に伴う粘度上昇の割合と、発泡ガスの拡散速度とが釣りあって、粗大発泡の生成を防止することができる。これにより、発泡体の強度の低下を防ぐことができる。

【0013】このような本発明の製造方法により得られた発泡体は以下のような用途がある。自動車分野においては、外装部品としてバンパー、フェンダー、ドア、サイトモール、ランパフレクター等を使用することができ、また、内装部品としては、インパネ、コンソール、トリム等がある。さらに、エンジンルーム部品としては、エンジンカバー、エアクリ等がある。家電OA分野では、テレビ、冷蔵庫、洗濯機の各種パネルの他、パソコン、プリンター、電話の各種パネルに使用することができ、住設分野においては、トイレユニットの便座、蓋、バスユニットの天井、壁、収納パネル、浴槽に使用することができる。

【0014】この際、前記金型内に導入された熱可塑性樹脂の少なくとも一部が溶融状態にある間に、前記金型内の圧力を低下する工程を備えることが好ましい。

【0015】金型の圧力を低下させる方法としては、金型の型締め圧をゆるめる方法や、発泡剤を含有した熱可塑性樹脂を導入する前に、金型内に10から200kg/cm²の不活性ガスを充填しておき、前記樹脂導入後に不活性ガスを抜く方法、金型の温度を急速に下げる方法、金型内に樹脂を充填した後、金型の一部又は全部を後退させる方法がある。金型内の圧力を低下させることで多数の発泡核が生成し、それを中心に発泡セルが成長して均一な発泡セルを持つ発泡体を得られる。

【0016】また、前記金型内の圧力の低下は、前記熱可塑性樹脂の金型に接する表面にスキン層が形成され、その内部が溶融状態にある間に、前記金型の一部又は全部を後退させることにより行われることが好ましい。金型を後退させる割合は必要とする発泡倍率に合わせればよく、通常は1.5倍から3倍程度である。金型

その内部が溶融状態にある間に、前記金型の一部あるいは全部を後退させることにより行われることが好ましい。

【0023】これによれば、金型内の樹脂の金型に接する表面にスキン層が形成され、内部が溶融状態である間に金型の一部または全部を後退させることで、発泡セル径のバラツキ（分布）が小さくなる。また、溶融樹脂を膨張させる前にスキン層が形成されるので、スキン層を確実に形成でき、外観品質に優れた発泡体を得られる。

【0024】さらに、少なくとも前記熱可塑性樹脂を前記金型に導入する工程が終了するまでは、前記超臨界状態を超臨界状態に維持することが好ましい。

【0025】超臨界状態を含む熱可塑性樹脂を金型内に導入し終わる以前に、超臨界状態でなくしてしまうと、発泡しにくくなるうえ、シルバーストリートの原因ともなる。これに対し、本発明では、超臨界状態を、少なくとも熱可塑性樹脂を金型に導入する工程が終了するまでは、超臨界状態に維持するため、このような問題が起こらない。

【0026】以上の発泡体の製造方法において、前記金型は断熱金型であることが好ましい。金型を断熱金型とすることで、金型の表面温度の調整が容易となる。ここで、断熱金型としては、耐熱性に優れた断熱材、例えば、セラミック焼結体により形成された金型や、通常の金型の表面に成形温度で溶融しない樹脂フィルムや樹脂発泡体を貼り付けたポリビレンの場合、一般的なOPP用PETフィルムを通常の無断熱の金型の表面に貼り付けることで断熱金型とすることができ、なお、通常の金型を使用する場合には、金型の表面温度は溶融した樹脂が接触しても素早く熱平衡に達して金型の設定温度と大差なくなることが多いが、断熱金型を用いる場合、一般的に金型の表面温度は金型の設定温度よりも20℃から50℃程度高くなることに留意して金型の設定温度を設定することが好ましい。

【0027】本発明の発泡体は、以上のような製造方法によって製造され、その表面の光沢度が80％以上であること、または、前記超臨界状態を浸透させた熱可塑性樹脂を脱圧することにより得られることを特徴とする。前述の発泡体の製造方法においては、光沢度がJIS K 7105（入射角、反射角とも60°）80％以上、好ましくは85％以上、特に好ましくは90％以上の発泡体を得ることができ、また、通常の化学発泡、物理発泡により得られた発泡体はセルの径分布が100から500ミクロンのものが好ましいとされているが、本発明の製造方法により製造され、かつ、超臨界状態ガスが浸透された熱可塑性樹脂を脱圧することにより得られる発泡体のセルの分布は100ミクロン以下、さらには、50ミクロン以下とすることができ、粗大なセルの形成を防止することができる。

の表面温度は少なくとも金型の一掃または全部を後退させる工程が終了するまで保持することが好ましい。金型内の樹脂の金型に接する表面にスキン層が形成され、内部が溶融状態である間に金型の一部または全部を後退させることで、発泡セル径のバラツキ（分布）が小さくなる。また、溶融樹脂を膨張させる前にスキン層が形成されるので、スキン層を確実に形成でき、外観品質に優れた発泡体を得られる。

【0017】本発明の発泡体の製造方法は、熱可塑性樹脂100重量部に超臨界状態ガスを0.1から200重量部を浸透させる工程と、前記熱可塑性樹脂が接する金型の表面温度を前記熱可塑性樹脂の結晶化温度±20℃またはガラス転移点±20℃に保持した金型に前記超臨界状態ガスを浸透させた熱可塑性樹脂を導入する工程とを備えることを特徴とする。請求項1記載の発明と同様、熱可塑性樹脂を金型に導入する工程において、樹脂が結晶性樹脂である場合には、金型の表面温度を結晶化温度±20℃に保持し、非結晶性樹脂である場合には、金型の表面温度をガラス転移点±20℃に保持する。

【0018】ここで、ガスは熱可塑性樹脂に溶け込むことができ、かつ不活性であればよいが、安全性、コスト等の面から二酸化炭素や窒素またはこれらの混合ガスが好ましい。また、超臨界状態ガスを熱可塑性樹脂に浸透させる方法としては、超臨界状態ガスをプラランジ状態で注入する方法や液体状態の不活性ガスをプラランジャー-ポンプ等で注入する方法がある。超臨界状態ガスを熱可塑性樹脂に浸透させる場合の圧力は、浸透させる超臨界状態ガスの臨界圧以上を必須とし、より浸透速度を向上させるためには、15MPa以上、さらに好ましくは20MPa以上である。

【0019】本発明において、超臨界状態ガスが熱可塑性樹脂に対し0.1重量部よりも少ないと、微細な発泡セルを得ることができず、20重量部よりも多いと発泡体表面に外観不良が生じ、粗大な発泡セルが生成しやすくなる。本発明では、発泡剤の量を前記範囲内としたため、このような問題が起こらない。

【0020】また、本発明の製造方法では、実際の金型の表面温度を結晶化温度±20℃または、ガラス転移点±20℃の範囲に保つことにより、請求項1記載の発明と同様の効果が得られる。さらに、このような製造方法により得られた発泡体には、請求項1記載の製造方法で得られた発泡体と同様の用途がある。

【0021】この際、前記金型内に導入された熱可塑性樹脂の少なくとも一部が溶融状態にある間に、金型内の圧力を低下する工程を備えることが好ましい。金型の圧力を低下させることで、熱可塑性樹脂に浸透しているガスが過飽和状態になり、多数の発泡核が発生し、結果として均一な発泡セルを持つ発泡体を得ることができる。【0022】また、前記金型内の圧力の低下は、前記熱可塑性樹脂の金型に接する表面にスキン層が形成され、

【0028】

【発明の実施の形態】以下、本発明の第一実施の形態を図面に基つて説明する。図1には、本発明の発泡体を製造するための射出成形機1が示されている。この射出成形機1は、発泡剤と熱可塑性樹脂であるポリプロピレンとを混合したものから所定形状の発泡体である射出成形品を製造する機械であり、射出成形機本体11と、金型12とを備える。

【0029】ポリプロピレンはペレット状に形成されたものであり、その結晶化温度は126℃である。発泡剤はポリプロピレン100重量部にに対し、0.1から20重量部混合される。発泡剤の混合は、発泡剤含有マスタバッチペレットとしてポリプロピレンに添加されることにより行われる。また、この発泡剤とポリプロピレンとを混合したものに、発泡核として作用する添加剤として、無機微粉末や微細な無機繊維が添加される。例えば、無機微粉末としては、タルク、炭酸カルシウム、ナノ分散した層状珪酸塩、クレア、酸化マグネシウム、酸化亜鉛、ガラスビーズ、ガラス繊維等がある。この無機微粉末や無機繊維をポリプロピレン100重量部に対し、0.01から30重量部添加することが好ましく、特に0.1から10重量部添加することが好ましい。従って、ポリプロピレンに発泡剤含有マスタバッチペレット、添加剤を混合させたものが原料となる。

【0030】射出成形機本体11は、投入されるポリプロピレンを可塑化して金型12に射出するものであり、ヒータ111Aを有するシリンダ111と、このシリンダ111内に配置されるスクリュウ112と、シリンダ111内に原料を投入するホップ113と、スクリュウ112を回転させる油圧装置114と、シリンダ111及び金型12をつなぐノズル115を備えている。ホップ1113から投入され、シリンダ111のヒータ111Aにより加熱された原料は、スクリュウ112により可塑化され、ノズル115側へ移動し、ノズル115を介して金型12内へ高圧で射出される。

【0031】金型12は、ノズル115に取り付けられる固定金型12Aと、この固定金型12Aに対して進退可能な可動金型12Bとを備えており、可動金型12Bの進退には型締装置（図示略）が利用されている。固定金型12Aと可動金型12Bとの間には所定形状の隙間121が形成されている。射出成形機本体11から射出された可塑化ポリプロピレンは隙間121に充填され、充填されたポリプロピレンは隙間121の形状に成形される。この金型12は断熱金型であり、固定金型12Aと可動金型12Bの隙間121を形成する面には断熱効果を発揮する断熱材、例えば、ポリエチレンテトラフルートのフィルムが貼り付けられており、断熱金型となっている。なお、金型12としては、例えば、特開平07

と、表面転写が悪くなる。本実施形態では、樹脂が導入される際、金型12の表面温度を結晶化温度±20℃の範囲に保つことにより、樹脂が金型12に転写した後、素早くスキーン層が形成されるため、発泡剤の発泡ガスが留まり、金型12の隙間121を形成する面との間に滞留することがなく、高転写、高光沢シムルバーストリーク等の外観不良のない発泡体を得ることができる。さらに、金型の表面に0.5ミクロン以上の凹凸がある場合、特に正確に転写されにくい0.5ミクロンから10ミクロン程度の凹凸がある場合でも正確に転写した発泡体を得ることができる。

【0038】（3）樹脂が導入される際、金型の表面温度を結晶化温度±20℃の範囲内に保つと、熱可塑性樹脂の温度低下に伴う粘度上昇の割合と、発泡ガスの拡散速度とが釣りあつて、粗大発泡の生成を防止することができる。これにより、発泡体の強度の低下を防ぐことができる。

【0039】（4）樹脂導入後、金型12内の圧力を低下させることで、多数の発泡核が生成し、それを中心に発泡セルが成長するため、均一な発泡セルを持つ発泡体を得られる。

【0040】（5）金型12内の樹脂の金型12に接する表面にスキーン層が形成され、内部が溶融状態である間に金型12の可動金型を後退させたため、発泡セル径の分布が小さくなる。

【0041】（6）スキーン層が形成されてから可動金型を後退させるため、スキーン層を確実に形成でき、外観品質に優れた発泡体が得られる。

【0042】（7）金型12の表面に断熱材を貼り、断熱効果を発揮する断熱金型としたため、ヒータや冷却ユニットを用いて金型の表面温度調節する場合に比べ、金型の表面温度を結晶化温度±20℃の範囲内に保つことが容易となり、発泡体の製造作業に手間がかからない。

【0043】次に、本発明の第二実施形態を図2を用いて説明する。なお、第一実施形態と同一または相当構成品には同じ符号を付し、説明を省略または簡略する。図2には、射出成形機2が示されている。この射出成形機2は、超臨界ガスとポリプロピレンとを混合したものであり、射出成形品を製造する機械であり、第一実施形態の射出成形機1と略同じ構造であるが、射出成形機本体11のシリンダ111に超臨界ガス導入装置21が設けられている点で射出成形機2と異なっている。この超臨界ガス導入装置21は、窒素ガスが充填されているガスパンベ211と、ガスボンベ211からの窒素ガスを高圧力まで昇圧する昇圧装置212と、超臨界ガスで昇圧された超臨界状態のシリンダ111内への導入量を制御する制御ポンプ213とを備える。

【0044】次に、この射出成形機2を用いた発泡体の製造方法について説明する。まず、第一実施形態と同様、予めシリンダ111を予熱し、金型12の表面温度

をポリプロピレンの結晶化温度±20℃の範囲に保つておく。ペレット状のポリプロピレン、添加剤をホップ113を介してシリンダ111内に投入する。ガスボンベ211を開き、窒素ガスを昇圧機212で臨界圧力以上（好ましくは15MPa、さらに好ましくは20MPa以上）、臨界温度以上に昇圧、昇温する。制御ポンプ213を開き、超臨界状態をシリンダ111内に導入し、ポリプロピレンが可塑化している部位に浸透させる（浸透工程）。この際、超臨界ガスをポリプロピレン100重量部にに対し、0.1から20重量部浸透する。【0045】次に、スクリュウ112によりシリンダ111内の原料を移動させ、その表面温度が結晶化温度±20℃の範囲に保たれた金型12内の隙間121に導入する（導入工程）。この際、超臨界ガスが、原料が金型12内への導入が終了するまでは、超臨界状態を維持するため、型締を加えたり、カウンタプレッシャーを掛けておいてもよい（臨界状態維持工程）。金型12に接するポリプロピレンの表面にスキーン層が形成され、その内部が溶融状態である間に、金型12の可動金型12Bを後退させ、脱ガスをを行う（圧力低下工程）。金型12の表面温度は、少なくとも可動金型を後退させるまで、結晶化温度±20℃の範囲に保つておく必要がある。さらに、冷却、固化し、所定の冷却時間が経過したら、金型12を開き、成形品を取り出す。このようにして得られた発泡体の表面の光沢度は80％以上、セルの分布は100ミクロン以下となる。

【0046】第二実施形態によれば、第一実施形態と同様の効果を奏することができ、以下の効果を奏することができる。

（8）通常、窒素ガスは、樹脂との親和性が低いことから樹脂に含浸させにくい。超臨界ガスは優れた溶解性と、優れた拡散性を有するため樹脂への溶解性が高く、短時間で樹脂に含浸させることができる。

【0047】（9）超臨界ガスは窒素であるため、環境に影響を与えない。従って、環境面に配慮して発泡体の製造を行うことができる。

【0048】なお、本発明は前述の実施の形態に限定されるものではなく、本発明の目的を達成できる範囲での変形、改良等は本発明に含まれるものである。例えば、前記実施形態では、金型12を固定金型に対して進退可能な可動金型を備えているものとし、この可動金型を後退させることで金型12内の圧力を低下させていたが、本願発明はこれに限られない。すなわち、図3に示すように、後退させる機能を有しない冷型型32にガスを導入する装置33を設けることにより、金型32内の圧力を低減させてもよい。この場合、予め金型32に10から200kg/cm²のガスを注入しておき、原料を注入した後にガスを抜くことで金型32内の圧力を低減する。ただし、ガスを導入する装置33を金型32に取り付けなければならない。特に、樹脂に超臨界状態ガスを含

浸させて射出成形する場合には2系統のガス導入のための装置を付けなければならないので、装置が大型化してしまつという問題がある。これに対し、金型12内の可動金型12Bを後退させることで金型12内の圧力を低減させるものとすれば、装置の大型化を防止することができ

【0049】また、金型内の圧力は金型の型締め圧をゆるめる方法によって低減させてもよい。さらに、金型12内の圧力は低下させなくてもよい。ノズル115から金型12内に射出された時点で原料にかかる圧力が急激に下がるため、金型12内の圧力を低下させなくても発泡させることが可能だからである。金型12は表面に断熱材を貼り付けた断熱金型としたが、これに限らず、金型自体を断熱性に優れた断熱材で形成して断熱金型としてもよい。さらに、金型12は断熱金型としたが、断熱性能を有しない通常の金型にヒータと冷却ユニットとを設け、断熱にそれぞれ別のオン・オフを繰り返すことにより調整してもよい。ただし、このようにすると温度調節に手間がかかる。これに対し、断熱金型とすれば金型の表面を所定温度に保つことが容易となる。

【0050】前記実施形態では原料は無機微粉未や微細な無機繊維の添加剤を含むものとしたが、添加剤はマクスターバッチレットとして樹脂に混合し、シリンドラ11内で混練したが、アタン、ペンタン等の低沸点有機化合物を発泡剤として用いる場合には、シリンドラ11内の樹脂が溶融している部位にこれらの発泡剤をブランジャー・ポンプ等で供給してもよい。

【0051】前記実施形態では熱可塑性樹脂としてポリプロピレンを使用した方が、これに限らず、通常の発泡成形ができる熱可塑性樹脂であればよい。

【0052】本発明の効果を確かめるために、次のような実験を行った。

＜超臨界状ガスを使用した発泡体の製造の実施例＞
【実施例1から実施例8】第二実施形態で説明した製造方法に基づき、発泡体の製造を行った。実施例1から実施例8では、以下の原料、射出成形機本体、金型を採用した。

【0053】(射出成形機本体)JSW製MuCell1成形機J180ELH1-180H
(金型)固定金型と可動金型で形成される隙間の部分の寸法が170mm×25.0mm×1.2mmであるコアバック可能なOAHウジング用金型

(断熱金型の場合には、金型表面に20μmの厚さのポリテトラフルオロエチレンフィルムが貼り付けられている。無断熱金型の場合には、金型表面には何も貼り付けられていない。)

【0054】(熱可塑性樹脂)ポリカーボネート(出光石油化学株式会社製A1700(ガラス転移点145℃))

(添加剤)タルク(ポリカーボネート95重量部に対し5重量部添加してポリカーボネート系材料とした。)(超臨界状ガス)窒素(ポリカーボネート系の材料100重量部に対して0.3重量部混合)

【0055】(実施例1)昇圧機で常温、20MPaに昇圧された窒素ガスをシリンドラ内に吹き込んだ。吹き込まれた窒素ガスはすぐに昇温し、超臨界状ガスとなり、シリンドラ内に投入され、樹脂温度300℃となったポリカーボネート系材料に浸透した。ノズル内の樹脂にかか

る圧力は18MPaとなっていた。さらに、これを金型の表面温度140℃(ガラス転移点-5℃)の無断熱金型に厚さ1mm相当分を射出し、射出後、金型を冷却して取り出した。可動金型の後退(コアバック)は行わず、発泡倍率は1.2倍であった。

【0056】(実施例2)無断熱金型に原料をフルショットで射出し、射出完了後、1秒後に可動金型の後退(コアバック)を行ない、金型の可動金型と固定金型との間隔を1.8mm(発泡倍率1.5倍)となるようにした。その他の条件は実施例1と同様である。

【0057】(実施例3)無断熱金型の表面温度を150℃(ガラス転移点+5℃)とした。その他の条件は実施例2と同様である。

【0058】(実施例5)金型は断熱金型を使用し、金型の設定温度を80℃(金型の表面温度は130℃(ガラス転移点-15℃)となっていた)とした。その他の条件は実施例1と同様である。

【実施例6】金型は断熱金型を使用し、金型の設定温度を80℃(金型の表面温度は130℃(ガラス転移点-15℃)となっていた)とした。その他の条件は実施例2と同様である。

【0059】(実施例7)金型は断熱金型を使用し、金型温度の設定温度を100℃(金型の表面温度は150℃(ガラス転移点+5℃)となっていた)とした。その他の条件は実施例2と同様である。

【実施例8】金型は断熱金型を使用し、金型温度の設定温度を100℃(金型の表面温度は150℃(ガラス転移点+5℃)となっていた)とした。その他の条件は実施例2と同様である。

【0060】[実施例1から実施例8の評価]実施例1から実施例8で得られた発泡体の評価を光沢度、シルバーストリーク、発泡セルの分布により行った。光沢度は、JIS K7105(入射角60°、受光角60°)に基つき測定した。また、シルバーストリークは目視評価した。発泡セルの分布は発泡体の厚み方向の断面のSEM写真(500倍)をとり、この写真を画像処理機に取り込んで、写真に写っている最小発泡セル径(A)及び最大発泡セル径(B)を測定し、(A)から(B)を発

【表1】
泡セル分布とした。結果を表1に示した。
【0061】

	金型	金型設定温度℃ 固定温度/表面温度	射出時率	コアバックの有無	発泡率%	泡セル径μm
実施例1	断熱無	140	1.2	無	90	5~20
実施例2	断熱無	140	1.5	有	90	5~20
実施例3	断熱無	150	1.5	無	90	5~20
実施例4	断熱無	150	1.5	有	90	5~20
実施例5	断熱有	80	1.2	無	90	5~20
実施例6	断熱有	80	1.5	有	90	5~20
実施例7	断熱有	100	1.2	無	90	5~20
実施例8	断熱有	100	1.5	有	90	5~20

【0062】なお、表1のシルバーストリークの評価において、○はシルバーストリークを視認できない、△は成形品の一部にシルバーストリークが視認された、×は成形品前面にシルバーストリークを視認できたことを示している。すべての実施例において光沢度は90%であり、シルバーストリークは発生しなかった。また、発泡セルの分布は最も広い場合で10ミクロンから70ミクロンの範囲内であった。

【0063】(実施例9から実施例12)実施例9から実施例12における条件は以下の通りである。なお、実施例9から実施例12では、実施例1から8と同様の射出成形機本体を使用した。

【0064】(金型)実施例1から8と同様のコアバック可能なOAHウジング用金型であるが、断熱金型の場合には、金型表面に文字がプリントされた30μmの厚さのOHP用ポリエチレンテトラフルートフィルム(使用済みOHP)が貼り付けられている。文字の厚みは1ミクロンである。

(熱可塑性樹脂)ポリプロピレン(出光石油化学株式会社製J6083H(結晶化温度126℃))

(添加剤)タルク(ポリプロピレン95重量部に対し5重量部添加したものをポリプロピレン系材料とした。)(超臨界状ガス)窒素(ポリプロピレン系材料100重量部に対し0.6重量部混合)

【0065】(実施例9)昇圧機で常温、20MPaに昇圧された窒素ガスをシリンドラ内に吹き込んだ。吹き込

	金型	金型設定温度℃ 固定温度/表面温度	射出時率	コアバックの有無	発泡率%	泡セル径μm
実施例9	断熱無	120	1.2	無	90	5~20
実施例10	断熱無	120	1.5	有	90	5~20
実施例11	断熱有	100	1.2	無	90	5~20
実施例12	断熱有	100	1.5	有	90	5~20

【0070】すべての実施例において光沢度は90%であり、シルバーストリークは発生しなかった。また、発泡セルの分布は1ミクロンから30ミクロンの範囲内であった。さらに、断熱金型を使用した場合には、発泡体の表面にOHPの文字が明確に転写されていた。

【0071】[実施例13から実施例18]実施例13から実施例18における条件は以下の通りである。なお、実施例13から実施例18では、実施例1から8と同様の射出成形機本体を使用した。

【0072】(金型)実施例1から8と同様のコアバック可能なOAHウジング用金型であるが、断熱金型の場合には、金型表面に文字がプリントされた30μmの厚さのOHP用ポリエチレンテトラフルートフィルム(使用済みOHP)が貼り付けられている。文字の厚みは1

ミクロンである。
（熱可塑性樹脂）ポリスチレン（出光石油化学株式会社製E101A1.2（ガラス転移点80℃））
（添加剤）タルク（ポリスチレン95重量部に対し5重量部添加したものをポリスチレン系材料とした。）
（超臨界状ガス）窒素（ポリスチレン系材料100重量部に対して0.6重量部混合）

【0073】（実施例13）昇圧機で常温、20MPaに昇圧された窒素ガスはすぐに昇温し、超臨界状ガスとなり、シリング内に投入され、樹脂温度240℃となったポリスチレン系材料に浸透した。ノズル内の樹脂にかかる圧力は18MPaとなっていた。さらに、これを金型の表面温度80℃（ガラス転移点±0℃）の無断熱金型に厚さ1mm相当分を射出し、射出後、金型を冷却して取り出した。可動金型の後退（コアバック）は行わず、発泡倍率は1.2倍であった。

【0074】（実施例14）無断熱金型に原料をフルショットで射出し、射出した後、1秒後に可動金型の後退（コアバック）を行ない、金型の可動金型と固定金型との間隔を1.8mm（発泡倍率1.5倍）となるようにした。他の条件は実施例13と同様である。

	金型 固定温度 ℃	金型 設定温度 ℃	射出圧 MPa	発泡率	コアバックの有無	光沢度 %	コアバックの寸法 mm	発泡体分佈 μm
実施例13	新熱無	80	80	1.2	無	90	○	5~20
実施例14	新熱無	80	80	1.5	有	90	○	1~30
実施例15	新熱有	80	100	1.2	無	90	○	5~20
実施例16	新熱有	80	100	1.5	有	90	○	1~30
実施例17	新熱有	40	80	1.2	無	90	○	10~50
実施例18	新熱有	40	80	1.5	有	90	○	5~80

【0079】すべての実施例において光沢度は90％であり、シルバーストリークは発生しなかった。また、発泡セルの分布は最も広いもので5ミクロンから80ミクロンの範囲内であった。さらに、断熱金型を使用した場合には、発泡体の表面にOHPの文字が明確に転写されていた。

【0080】＜発泡剤を使用した発泡体の製造の実施例＞

【実施例19及び20】第一実施形態で説明した製造方法に基づき、発泡体の製造を行った。実施例1から実施例8と同様の射出成形機本体、金型、ポリカーボネート材料を使用した。発泡剤は、アジカルボンアミドをポリカーボネート材料100重量部に対して1重量部混合した。

（実施例19）ポリカーボネート系材料に前記発泡剤をドライブレンドして樹脂温度300℃、樹脂にかかる圧力15MPaで溶融混練した。これを金型の表面温度140℃（ガラス転移点－5℃）の無断熱金型に原料をフルショットで射出し、射出した後、1秒後に可動金型の後退（コアバック）を行ない、金型の可動金型と固定金型との間隔を1.8mm（発泡倍率1.5倍）となるよう

【0075】（実施例15）金型は断熱金型を使用し、金型の設定温度は80℃（金型の表面温度は100℃（ガラス転移点+20℃）となっていた）とした。他の条件は実施例13と同様である。

（実施例16）金型は断熱金型を使用し、金型の設定温度は80℃（金型の表面温度は100℃（ガラス転移点+20℃）となっていた）とした。他の条件は実施例14と同様である。

【0076】（実施例17）金型は断熱金型を使用し、金型の設定温度は40℃（金型の表面温度は60℃（ガラス転移点－20℃）となっていた）とした。他の条件は実施例13と同様である。

（実施例18）金型は断熱金型を使用し、金型の設定温度は40℃（金型の表面温度は60℃（ガラス転移点－20℃）となっていた）とした。他の条件は実施例14と同様である。

【0077】（実施例13から実施例18の評価）実施例13から実施例18で得られた発泡体を実施例1から実施例8と同様の方法で評価した。結果を表3に示す。

【表3】

【0083】（実施例22）実施例22における条件は次の通りである。実施例13から16と同様の射出成形機本体、金型、ポリスチレン系材料を採用した。発泡剤は、アジカルボンアミドをポリスチレン系材料100重量部に対して1重量部混合した。ポリスチレン系材料に前記発泡剤をドライブレンドして樹脂温度240℃、樹脂にかかる圧力15MPaで溶融混練し、これを金型の表面温度80℃（ガラス転移点±0℃）の無断熱金型にフルショットで射出し、射出した後、1秒後に可動金

	金型 固定温度 ℃	金型 設定温度 ℃	射出圧 MPa	発泡率	コアバックの有無	光沢度 %	コアバックの寸法 mm	発泡体分佈 μm
実施例19	新熱無	140	140	1.5	無	91	○	100~400
実施例20	新熱無	150	150	1.2	無	90	○	100~400
実施例21	新熱有	100	120	1.5	有	90	○	130~450
実施例22	新熱有	80	80	1.5	有	90	○	130~450

【0085】実施例19から22において光沢度は90から91％と高く、シルバーストリークは発生しなかった。また、発泡セルの分布はポリカーボネート系材料の場合、100ミクロンから400ミクロンの範囲内、ポリプロピレン系材料及びポリスチレン系材料の場合130から450ミクロンの範囲内であった。さらに、断熱金型を使用した実施例21で得られた発泡体は、その表面にOHPの文字が明確に転写されていた。

【0086】次に、前記実施例の効果を確認するための比較例について説明する。

＜超臨界状ガスを使用した発泡体の製造の比較例＞
【比較例1から比較例6】比較例1から比較例6は、実施例1から実施例8と同様の原料、射出成形機、金型を用いて行った。

【0087】（比較例1）金型の表面温度は80℃（ガラス転移点－65℃）であった。他の条件は実施例1と同様である。

（比較例2）金型の表面温度は80℃（ガラス転移点－

	金型 固定温度 ℃	金型 設定温度 ℃	射出圧 MPa	発泡率	コアバックの有無	光沢度 %	コアバックの寸法 mm	発泡体分佈 μm
比較例1	新熱無	80	80	1.2	無	20	×	20~200
比較例2	新熱無	50	80	1.5	有	20	×	10~300
比較例3	新熱無	120	120	1.2	無	65	△	10~80
比較例4	新熱無	120	120	1.5	有	65	△	5~150
比較例5	新熱有	40	90	1.2	無	75	△	20~200
比較例6	新熱有	40	90	1.5	有	75	△	10~300

【0092】【比較例1から6と実施例1から8との比較】比較例1から6で得られた発泡体は、シルバーストリークが発生、発泡セルの分布が広く、粗大な発泡セルが生じる、光沢度が低いものなど何れかの項目に該当していた。これに対し、実施例1から8で得られた発泡体は、いずれもシルバーストリークが発生せず、発泡セルの分布が狭く、高光沢度であり、本願発明の効果が顕著に示された。

【0093】【比較例7から比較例10】比較例7から比較例10は、実施例9から12と同様の原料、射出成形

型の後退（コアバック）を行ない、金型の可動金型と固定金型との間隔を1.8mm（発泡倍率1.5倍）となるようにした。

【実施例19から22の評価】実施例19から22で得られた発泡体を実施例1から実施例8と同様の方法で評価した。結果を表4に示す。

【表4】

65℃）であった。他の条件は実施例2と同様である。

【0088】（比較例3）金型の表面温度は120℃（ガラス転移点－25℃）であった。他の条件は実施例1と同様である。

（比較例4）金型の表面温度は120℃（ガラス転移点－25℃）であった。他の条件は実施例2と同様である。

【0089】（比較例5）金型設定温度は40℃（金型の表面温度は90℃（ガラス転移点－55℃））であった。他の条件は実施例5と同様である。

（比較例6）金型設定温度は40℃（金型の表面温度は90℃（ガラス転移点－55℃））であった。他の条件は実施例6と同様である。

【0090】比較例1から6で得られた発泡体を実施例と同様の方法で評価した。結果を表5に示す。

【表5】

機、金型を用いて行った。

【0094】（比較例7）金型の表面温度は80℃（結晶化温度－46℃）であった。他の条件は実施例9と同様である。

（比較例8）金型の表面温度は80℃（結晶化温度－46℃）であった。他の条件は実施例10と同様である。

【0095】（比較例9）金型の設定温度は80℃（金型の表面温度は100℃（結晶化温度－26℃））であった。他の条件は実施例11と同様である。

（比較例10）金型の設定温度は80℃（金型の表面温

度は110℃(結晶化温度-26℃)であった。他の条件は実施例12と同様である。

【0096】比較例7から10で得られた発泡体を実施

	金型	金型温度℃	コア材の 射出量 g	発泡率 %	光沢度 %	コア材の 射出量 g	発泡率 %
比較例7	断熱無	80	1.2	有	30	×	20~200
比較例8	断熱無	80	1.5	有	30	×	10~100
比較例9	断熱有	80	1.2	有	90	○	20~100
比較例10	断熱有	80	1.5	有	90	○	5~200

【0098】比較例7から10と実施例9から12との比較比較例7から10で得られた発泡体は、シルバーストリークが発生、発泡セルの分布が広く粗大な発泡セルが生じる。光沢度が低い少なくとも何れかの項目に該当していた。これに対し、実施例9から12で得られた発泡体は、いずれもシルバーストリークが発生せず、発泡セルの分布が狭く、高光沢度であり、本願発明の効果が顕著に示された。

【0099】比較例11及び比較例12比較例11及び比較例12は、実施例13及び14と同様の原料、射出成形機、金型を用いて行った。

	金型	金型温度℃	コア材の 射出量 g	発泡率 %	光沢度 %	コア材の 射出量 g	発泡率 %
比較例11	断熱無	40	1.2	有	35	×	20~200
比較例12	断熱無	40	1.5	有	35	×	5~200

【0103】比較例11及び12と実施例13から18との比較比較例11、12で得られた発泡体は、シルバーストリークが発生、発泡セルの分布が広く粗大な発泡セルが生じる。光沢度が低い少なくとも何れかの項目に該当していた。これに対し、実施例13から18で得られた発泡体は、いずれもシルバーストリークが発生せず、発泡セルの分布が狭く、高光沢度であり、本願発明の効果が顕著に示された。

【0104】
【発明の効果】このような本発明によれば強度が低下せず、外觀が良好な発泡体を製造できる発泡体の製造方法およびこの製造方法によって製造された発泡体を提供することができるという効果がある。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第一実施形態にかかる発泡体を製造するための射出成形機を示す図である。

【図2】本発明の第二実施形態にかかる発泡体を製造するための射出成形機を示す図である。

【図3】本発明の変形例に用いられる射出成形機を示す

例と同様の評価方法で評価した。結果を表6に示す。

【0097】

【表6】

	金型	金型温度℃	コア材の 射出量 g	発泡率 %	光沢度 %	コア材の 射出量 g	発泡率 %
比較例7	断熱無	80	1.2	有	30	×	20~200
比較例8	断熱無	80	1.5	有	30	×	10~100
比較例9	断熱有	80	1.2	有	90	○	20~100
比較例10	断熱有	80	1.5	有	90	○	5~200

【0100】(比較例11) 金型の表面温度は40℃(ガラス転移点-40℃)であった。他の条件は実施例13と同様である。

(比較例12) 金型の表面温度は40℃(ガラス転移点-40℃)であった。他の条件は実施例14と同様である。

【0101】比較例11及び12で得られた発泡体を実施例と同様の評価方法で評価した。結果を表7に示す。

【0102】

【表7】

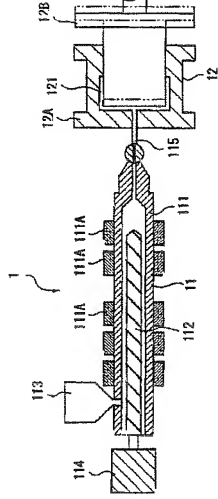
	金型	金型温度℃	コア材の 射出量 g	発泡率 %	光沢度 %	コア材の 射出量 g	発泡率 %
比較例11	断熱無	40	1.2	有	35	×	20~200
比較例12	断熱無	40	1.5	有	35	×	5~200

図である。

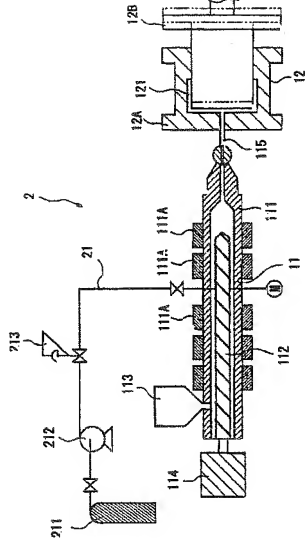
【符号の説明】

- 1, 2 射出成形機
- 11 射出成形機本体
- 111 シリンダ
- 111A ヒータ
- 112 スクリュー
- 113 ホッパー
- 114 油圧装置
- 115 ノズル
- 12, 32 金型
- 12A 固定金型
- 12B 可動金型
- 121 隙間
- 21 超臨界状ガス導入装置
- 211 ガスボンベ
- 212 昇圧機
- 213 制御ポンプ
- 33 装置

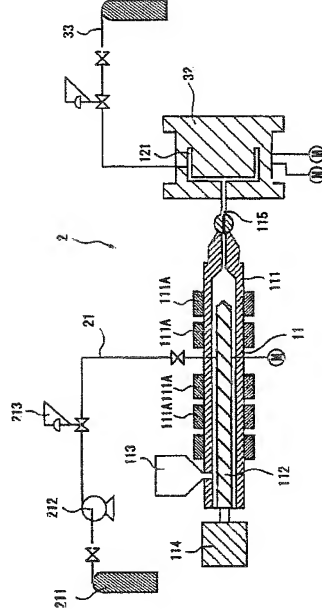
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

識別記号

F I

(参考)

(51) Int. Cl. 7

B 29 K 105:04

// B 29 K 105:04

C 08 L 101:00

C 08 L 101:00

(72) 発明者 合田 宏史
千葉県市原市姉崎海岸 1 番地 1

F ターム (参考) 4F074 AA24 AB03 BA32 BA33
CA24 CA25 CA26 CC04X
CC34X CC34Y DA02 DA03
DA47
4F202 AA11 AB02 AG20 AP17 AR02
AR06 AR18 CA11 CB01 CB30
CK19 CN01
4F206 AA11 AB02 AG20 AP17 AR02
AR06 AR18 JA04 JF04 JM05
JN21 JN25 JN43